

明 細 書

立方晶型窒化硼素焼結体

技術分野

- [0001] 本発明は立方晶窒化硼素(cBN)を含有する焼結体(以下、cBN焼結体)に関するものである。特に、耐欠損性、且つ耐摩耗性に優れる切削工具材料に最適な立方晶型窒化硼素焼結体に関するものである。

背景技術

- [0002] cBN(cubicboron nitride)は、ダイヤモンドに次ぐ硬度・熱伝導率を有し、ダイヤモンドと比較し、鉄系金属との反応性が低いという特徴を有する。このcBN粒子を含有するcBN焼結体は、加工能率向上の利点から、鉄系難削材切削において超硬合金やサーメット等の従来工具に取って代わってきた。
- [0003] 従来より、例えば特許文献1に示されるように、Tiセラミックス系の結合材を介してcBN粒子を焼結したcBN焼結体が知られている。この焼結体は、cBN粒子の含有量が比較的少ない焼結体で、cBN粒子を結合材で包囲するようにして焼結したものである。したがって、cBN粒子同士の接触は少ない。これに対して、焼結体中のcBN粒子の含有量を多くして、cBNの高硬度、高熱伝導率という特徴を最大限に生かした焼結体が知られている。
- [0004] 特許文献2は、cBN粒子の含有率を向上させ、cBN粒子同士が接触・反応した骨格構造を持つcBN焼結体に関するものである。特許文献2は、Al系合金を触媒としてcBN粒子同士を反応、結合させたcBN焼結体を開示している。これによると、結合媒体としてNi、Co、Mn、Fe、VおよびCrのAl合金を用いることで、cBN粒子を相互に反応させ、またAl合金とcBN粒子とを反応させることにより焼結体を製造する方法が開示されている。また、特許文献3は、特許文献2と同様にcBNの含有量の多い焼結体であって、Al系合金の組成を調整することにより焼結性を向上させ、比較的低压でもcBN焼結体を得ることができる製造方法を開示している。
- [0005] また特許文献4は、cBN粒子とAlのみを焼結して得られる焼結体を開示している。cBNとAlは焼結時に反応して窒化アルミニウムと二硼化アルミニウムを生成するので

、この焼結体はcBNと上記のアルミニウム化合物からなる。焼結体中のcBNは、cBN粒子同士が互いに結合した骨格構造を持っている。

[0006] 特許文献1:特開昭53-77811号公報

特許文献2:特公昭52-43846号公報

特許文献3:特公昭57-59228号公報

特許文献4:特公昭63-20792号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0007] cBNの含有率が高く骨格構造を有した焼結体を得るためには、cBN粒子同士が接触するため、cBN粒子同士を反応させて焼結する必要がある。しかし、従来の触媒を用いてもcBN粒子が高温・高圧にて安定なため反応しにくく、cBN粒子間の反応部分に欠陥があるか、あるいは接触のみで未反応部分が残る場合が多い。そのため、cBN焼結体を切削工具として使用した場合に、cBN粒子間の反応欠陥部、あるいは未反応部を起点として欠損や、cBN粒子の脱落による摩耗を生じやすい。

[0008] その結果、cBNの含有率の高いcBN粒子同士が骨格構造を有するcBN焼結体では、満足な工具寿命を得られていない。本発明は、上記の問題点を解決し、耐久損性および耐摩耗性を兼ね備えたcBN含有率の高い高硬度焼結体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは、cBN粒子同士が骨格構造を有するcBN焼結体中の、cBN粒子同士の結合のメカニズムの研究を行った。その結果、cBN粒子中に残存する触媒成分の含有量が、cBN粒子同士の結合力、反応部の欠陥に大きく影響するとの知見を得て本発明を完成するに至った。

[0010] 本発明は、cBN粒子同士が接触する焼結体において、cBN含有量を高めてcBNの特性を有効に生かし、cBN粒子間の反応欠陥部や未反応部を減少させようとするものである。こうすることにより、工具として使用した場合、欠損や摩耗を抑制することが可能であると考え、種々検討した結果得られたものである。

[0011] 本発明における第一の発明は、立方晶窒化硼素(cBN)粒子と前記したcBN粒子を

結合する結合材とを含む立方晶型窒化硼素焼結体であって、70体積%以上98体積%以下のcBN粒子と、残部結合材がCo化合物、Al化合物、WCおよびこれらの固溶体からなり、焼結体中のcBN粒子がMgを0.03重量%以下、かつLiを0.001重量%以上0.05重量%以下含有している立方晶型窒化硼素焼結体を提供するものである。

- [0012] cBN焼結体中のcBN含有量が、70体積%以上98体積%以下の場合に、cBN粒子同士の接触、結合面積が大きくなることを見出した。このcBNの含有量規定は、cBN焼結体のcBN粒子間の反応欠陥部や未反応部を減少させる上で有効である。これは、cBN含有量が70体積%未満の場合には相対的にcBN粒子同士の接触面積が小さく、骨格構造を形成することが困難で効果が現れにくいからである。また、cBN含有量が98体積%を超える場合にはcBN焼結体中のcBN粒子以外の残部結合材部分に空間が生じかえって焼結体の強度が低下するからである。
- [0013] また、cBN焼結体中の残部結合材は、Co化合物、Al化合物、WCおよびこれらの固溶体からなることが有効であることを見出した。触媒作用を有するAlとCoの両方を焼結体に含ませることが必要であり、こうすることによってcBN粒子間のネックグロスを促進することができる。これらの金属や合金、あるいは金属間化合物を出発原料として液相焼結し、cBN粒子同士を結合させ、cBN粒子の骨格構造を形成できるからである。WCは、結合材の熱膨張係数をcBNの熱膨張係数に近づけるために有効と推定され、焼結体の中で0.5〜5重量%含有するのが望ましい。このようにして得られた焼結体は、切削工具として使用が可能となる。
- [0014] cBN焼結体のcBN粒子中に、Mgが0.03重量%以下かつLiが0.001重量%以上0.05重量%以下含有することが有効であることを見出した。これは、前記のAl、Co、WCなどの添加効果に加えて、さらにcBN粒子中に残存している微量のLiがcBN粒子の接触部において触媒として作用するからである。すなわち、Liは、cBN粒子間の反応欠陥部や未反応部を減少させ、cBN粒子同士がより強固に結合(ネックグロス)されるからである。LiはcBN粒子中で金属Liまたは Li_2O_3 として存在し、いずれも融点が低く、焼結時に再び触媒作用として作用する。このため焼結時にLiが周辺にあるBやNと反応し Li_3BN_2 などの触媒となり、cBN粒子同士のネックグロスを促進する。cBN粒子中のLiが不足する場合は、触媒作用が不足しcBN粒子同士の結合部に欠陥が残る。逆に

、Liが過剰な場合には、金属Liまたは Li_2O_3 自体が欠陥となり、かつLiの耐熱性がcBNに比べ劣るため、cBN焼結体の強度が低下する。

- [0015] 一方、Mgは酸化物を形成しやすいため、cBN粒子中では主にMgOとして存在し、MgOは融点が高いため焼結時に再び触媒としては作用しない。そのため、cBN粒子中のMgが過剰な場合は、触媒作用のないMgOが不純物としてcBN粒子中に存在するため、焼結体の強度が低下する。従来のcBN焼結体においては、Mg元素を多く含有する価格の安い、破碎され易いcBN粒子がよくとされていた。微細な粒子の焼結体は強度が高いとの常識に基づき、微細に粉碎しやすいcBN粒子を用いていた。本発明はMgの含有量を少なく限定した点で、従来の常識を覆すものといえる。
- [0016] 上記のようにcBN中のMgの含有量を0.03重量%以下、且つLiの含有量を0.001重量%以上0.05重量%以下とすることで、Liの触媒作用を十分に発揮しcBN粒子同士の結合部の欠陥が減少し、cBN焼結体の強度が大幅に向上する。同時にcBN粒子は高い熱伝導率を有するため、cBN粒子同士が連続して結合される割合が増加することで、cBN焼結体の熱伝導率が向上し、耐摩耗性が大幅に向上する。
- [0017] また第二の発明は、立方晶窒化硼素(cBN)粒子と前記cBN粒子を結合するための結合材とを含む立方晶型窒化硼素焼結体において、70体積%以上98体積%以下のcBN粒子と、残部結合材がAl化合物からなり、焼結体中のcBN粒子がMgを0.03重量%以下、かつLiを0.001重量%以上0.05重量%以下含有している立方晶型窒化硼素焼結体を提供するものである。
- [0018] cBN焼結体中の残部結合材は、Al化合物とすることが有効であることを見出した。AlまたはAl合金とcBN粒子を出発原料として焼結すると、AlまたはAl合金は、液相となり、cBN粒子と反応してAl化合物となる。Alはまた、cBN粒子同士を結合させる触媒作用をもち、cBN粒子の骨格構造を形成する上で効果がある。このようにして得られる焼結体は、切削工具として使用できる。そして、LiやMgの効果は、第一の発明と同様である。
- [0019] 焼結体中のcBN粒子が、Ca、Sr、BaおよびBeの元素から選ばれた一種以上を合計で0.001重量%以上0.3重量%以下含有することが望ましい。Ca、Sr、Ba、Beも、Liと同様にcBN粒子の接触部・結合部において触媒として作用するからである。前記元素

の含有量が0.001重量%未満の場合は触媒作用が不足し、0.3重量%を超えるとこれら元素が欠陥となり、且つ前記元素の耐熱性がcBNに比べ劣るため、cBN焼結体の強度および耐熱性が低下する。

[0020] 焼結体中のcBN粒子は、Si、GaおよびLaの元素から選ばれた一種以上を合計で0.001重量%以上0.5重量%以下含有することが望ましい。発明者達は、Si、GaおよびLaの一種以上を添加することでLi等による触媒作用が増幅され、cBN粒子同士の結合部の欠陥がより有効に減少し、cBN粒子同士のネックグロスがより強固に形成されることを見出した。これら元素の含有量が0.001重量%以上で広範にネックグロスが起こる。しかしこれらの元素の含有量が0.5重量%を超えると、これらが欠陥となり、かつ前記元素の耐熱性がcBNに比べ劣るため、cBN焼結体の強度及び耐熱性が低下する。

[0021] 焼結体中のcBN粒子が、Mgを0.01重量%以下、且つLiを0.01重量%以上0.03重量%以下含有することが望ましい。cBN粒子同士の結合がさらに進み、耐久損耗および耐クレーター摩耗性がさらに向上するからである。

[0022] 前記焼結体は、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、Hf、Fe、Ni、Cu、Siの元素(添加結合材)から選ばれた一種以上を合計で焼結体中で0.001重量%以上1.5重量%以下含有することが望ましい。このように上記元素を焼結体中に含有させることにより、耐摩耗性、耐久損耗ともに向上する。

[0023] 本発明焼結体には、不可避不純物が含まれてもよい。cBN焼結体を製造する過程で、例えば超硬合金製のボールや超硬合金製の容器などを使用する。したがって、超硬合金に含まれる元素や化合物は、cBN焼結体の中に不可避不純物として混入する場合がある。

発明の効果

[0024] 本発明の焼結体は、cBN粒子が直接接合していて、しかもcBN粒子同士の接合部に欠陥がないので、熱伝導率が高い。したがって、この焼結体を切削工具などとして利用するとき、熱が周辺に拡散して工具刃先の温度が上昇せず、耐摩耗性、耐久損耗性に優れた工具が得られる。

発明を実施するための最良の形態

[0025] 以下、本発明の実施の形態を説明する。

実施例 1

[0026] 平均粒径 $2\mu\text{m}$ のcBN粉末と結合材粉末とを準備した。この結合材粉末は、50重量%Co、40重量%Alおよび10重量%WCを混ぜ合わせて作製される。結合材粉末と平均粒径 $2\mu\text{m}$ のcBN粉末を、超硬合金製ポットおよびボールを用いて混合した。この粉末を超硬合金製容器に充填し、圧力6.0GPa、温度1400℃で30分間焼結した。

[0027] cBN粉末の種類、およびcBN粉末と結合材粉末の比率を変化させて作製したcBN焼結体を、表1に示す。cBNの含有量と、触媒元素の量を以下の方法で測定した。まずcBN焼結体中の含有元素量を測定するために、焼結体を熔融塩法で溶解したのち、高周波誘導プラズマ発光分析法(ICP法)により各元素を定量測定した。その結果より、cBN焼結体中のcBN粒子の含有量を体積%で算出した。但し、含有量の算出は、cBN、WC以外の成分であるCo、Al等は金属のまま存在すると仮定して計算した。

[0028] [表1]

試料番号	cBN含有量 (体積%)	触媒元素含有量		
		Li (重量%)	Mg (重量%)	その他 (重量%)
1*	65*	0.021	0.007	
2	75	0.022	0.006	
3	85	0.021	0.007	
4	90	0.020	0.007	
5	95	0.019	0.008	
6*	99*	0.020	0.007	
7*	90	*	0.007	
8	90	0.006	0.007	
9	90	0.013	0.008	
10	90	0.041	0.007	
11*	90	0.062*	0.006	
12	90	0.020	0.002	
13	90	0.020	0.015	
14*	90	0.022	0.040*	
15	90	0.021	0.007	Ca ; 0.05
16	90	0.020	0.007	Ca ; 0.1
17	90	0.021	0.008	Ca ; 0.4
18	90	0.021	0.007	Sr ; 0.05
19	90	0.020	0.007	Ba ; 0.03
20	90	0.020	0.007	Ca ; 0.1, Sr ; 0.08
21	90	0.019	0.007	Ca ; 0.1, Be ; 0.05
22	90	0.021	0.007	Ca ; 0.2, Sr ; 0.2
23	90	0.021	0.007	Ca ; 0.06, Si ; 0.12
24	90	0.020	0.07	Ca ; 0.07, Si ; 0.40
25	90	0.020	0.08	Ca ; 0.07, Si ; 0.61
26	90	0.020	0.08	Ca ; 0.09, Sr ; 0.07, Si ; 0.10
27	90	0.020	0.07	Ca ; 0.06, Ga ; 0.10
28	90	0.021	0.06	Ca ; 0.07, La ; 0.09

* : 比較例を示す。

[0029] また、cBN焼結体を密閉容器内で、濃度60%以上65%未満の硝酸を2倍希釈したもの40mlと、濃度45-50%のフッ化水素酸10mlを混合したフッ硝酸にて、120℃以上150℃未満で48時間処理を行った。結合相はすべてフッ硝酸に溶解し、cBN骨格構造は溶解せずに残った。このcBN骨格構造が含有するMg、Li、Ca、Sr、Ba、Be、Si、

Ga、Laの元素を高周波誘導プラズマ発光分析法(ICP法)により定量測定した。

- [0030] 次に、超硬合金で裏打ちされているcBN焼結体の切削性能を評価した。cBN焼結体を加工し、ISO規格SNGA120408の形状の切削チップを得た。次に、これらの切削チップを用い、以下の条件にて切削試験を行い、逃げ面摩耗量を評価した。

被削材;ダクタイル鋳鉄 FCD450丸棒 外径旋削加工

切削条件;切削速度 $V=400\text{m/min.}$ 、切り込み $d=0.2\text{mm}$ 、

送り $f=0.2\text{mm/rev.}$ 、湿式

切削時間; 10分

得られた結果を表2に示す。

- [0031] [表2]

試料番号	実施例 1	実施例 2		実施例 3
	逃げ面摩耗量 (mm)	熱亀裂本数 (本)	熱伝導率 W/(m・K)	欠損までの時間 (分)
1*	0.222	欠損	60	2
2	0.123	5	130	12
3	0.113	4	140	13
4	0.106	4	160	13
5	0.103	2	170	15
6*	欠損	欠損	80	1
7*	0.21	28	90	4
8	0.145	8	140	10
9	0.135	5	150	12
10	0.137	9	130	11
11*	0.282	20	90	5
12	0.099	2	170	14
13	0.147	9	120	10
14*	0.361	23	80	5
15	0.094	2	170	14
16	0.09	なし	180	15
17	0.133	5	140	13
18	0.098	2	160	15
19	0.096	1	160	15
20	0.092	2	160	14
21	0.092	なし	170	17
22	0.129	6	140	13
23	0.087	なし	180	17
24	0.09	なし	190	18
25	0.108	5	150	13
26	0.086	なし	200	16
27	0.085	なし	190	16
28	0.088	なし	190	17

*:比較例を示す。

[0032] サンプル1〜6の比較により、cBN含有量が70体積%未満のサンプル1は逃げ面摩耗が大きく本発明範囲に基づいて作製されたサンプル2〜5と比較して耐摩耗性に劣ることが分かる。これは、cBN含有量が少なく、cBN粒子同士が骨格構造をとることができずに、切削時にcBN粒子の脱落が発生するからである。また、cBN含有量が98体積%を越えるサンプル6は、欠損している。これは、結合材成分が少なく焼結体中に欠陥が多い、また結合材成分によるcBN粒子同士のネックグロスが十分に促進されな

かったためである。

- [0033] サンプル4、7、11および14の比較をする。本発明に基づいて作製されたサンプル4と比較して、Liが検出できなかったサンプル7は耐摩耗性に劣ることが分かる。これは、添加結合材であるCo、Alなどのみの触媒効果によるcBN粒子同士の反応では、未反応部や反応欠陥部が残り、切削時にそこを基点として粒子の脱落が発生し摩耗量が大きくなったと考えられる。また、本発明範囲よりLiあるいはMgが多いサンプル11、14も耐摩耗性に劣ることが分かる。これは、cBN粒子中の過剰なLi、Mgが欠落の原因となり、切削時に粒子脱落を発生させ、耐摩耗性低下となったと考えられる。
- [0034] Mgが0.01重量%より少ないサンプル4、7、8、9および10の比較により、cBN粒子中のLi含有量が0.01重量%以上0.03重量%以下含有するときに、耐摩耗性がより優れることが分かる。Liが0.01重量%以上0.03重量%以下のサンプル4、13および14の比較により、cBN粒子中のMg含有量が0.01重量%以下の場合に、耐摩耗性がより優れることが分かる。
- [0035] サンプル4および15-22の比較により、cBN粒子中にCa、Sr、Ba、Beを含有していないサンプル4と比較して、Ca、Sr、Ba、Beの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.3重量%以下含有しているサンプル15、16、18-21が耐摩耗性により優れることが分かる。また、サンプル17、22より、過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐摩耗性を向上させる効果は確認されなかった。
- [0036] サンプル4および23-28の比較により、cBN粒子中に、Si、CaおよびLaを含有していないサンプル4と比較して、Si、CaおよびLaの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.5重量%以下含有しているサンプル23、24および26-28が耐摩耗性により優れることが分かる。また、サンプル25より過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐摩耗性を向上させる効果は確認されなかった。

実施例 2

- [0037] 実施例1で製作した焼結体材料を用い、熱亀裂と熱伝導率を評価した。熱伝導率は、レーザーフラッシュ法ないしはACカロリメトリック法を用いて求めた。また、cBN焼結体を加工し、ISO規格SNGA090312の形状の切削用チップを得た。これらの切削チップを用い、以下の条件にて切削評価を行い、熱亀裂の本数を評価した。

被削材; ねずみ鋳鉄 FC250 フライス加工

切削条件; 切削速度 $V=2500\text{m/min.}$ 、切り込み $Rd=30\text{mm}$ 、 $Ad=0.3\text{mm}$ 、
送り $f=0.2\text{mm/刃}$ 、乾式、切削時間30分

得られた結果を表2に示す。

- [0038] サンプル1-6の比較により、cBN含有量が70体積%未満のサンプル1は熱亀裂によると考えられる欠損が生じ、熱亀裂本数の評価はできなかったが、本発明範囲に基づいて作製されたサンプル2-5は、2-5本の亀裂が生じている欠損はないことが分かった。これは、本発明範囲外のサンプル1はcBN含有量が少なく、熱特性に優れたcBN粒子同士が骨格構造をとることができずに熱伝導率が低く耐熱性に劣るためである。また、cBN含有量が98体積%を越えるサンプル6も欠損した。これは、結合材成分が少なく焼結体中に欠陥が多い。また結合材成分によるcBN粒子同士のネックグロスが十分に促進されなく靱性が不足したためと考えられる。
- [0039] サンプル4、7、11および14の比較をする。本発明範囲に基づいて作製されたサンプル4と比較して、Liが検出できなかったサンプル7は熱亀裂の本数が多いことが分かる。これは、添加結合材のみの触媒効果によるcBN粒子同士の反応では未反応部や反応欠陥部が残る、そのためcBN焼結体の熱伝導率が低く耐熱性に劣るためと考えられる。また、本発明範囲よりLiあるいはMgが多いサンプル11、14も熱亀裂の本数が多いことが分かる。これは、cBN粒子中の過剰なLi、MgがcBN骨格構造中に存在するため、その過剰分が熱伝導率が高いcBN骨格構造の中で不純物となり、cBN焼結体の熱伝導率が低く耐熱性に劣るためと考えられる。
- [0040] Mgが0.01重量%より少ないサンプル4、7、8、9および10の比較により、cBN粒子中のLi含有量が0.01重量%以上0.03重量%以下含有するときに、熱亀裂本数が少なく、耐熱性がより優れることが分かる。Liが0.01重量%以上0.03重量%以下のサンプル4、13および14の比較により、cBN粒子中のMg含有量が0.01重量%以下の場合に、熱亀裂本数が少なく、耐熱性がより優れることが分かる。
- [0041] サンプル4および15-22の比較により、cBN粒子中にCa、Sr、Ba、Beを含有していないサンプル4と比較して、Ca、Sr、Ba、Beの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.3重量%以下含有しているサンプル15、16、18-21が熱亀裂が少なく、耐熱

性により優れることが分かる。また、サンプル17、22より、過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐熱性を向上させる効果は確認されなかった。

- [0042] サンプル4および23-28を比較する。cBN粒子中に、Si、GaおよびLaを含有していないサンプル4と比較して、Si、GaおよびLaの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.5重量%以下含有しているサンプル23、24および26-28が熱亀裂が少なく、耐熱性により優れることが分かる。また、サンプル25より過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐熱性を向上させる効果は確認されなかった。

実施例 3

- [0043] 実施例1で製作した焼結体材料を用いて耐欠損性を評価した。まず、ISO規格 SNGA120408の形状の切削用チップを作製した。これらの切削チップを用い、以下の条件にて切削評価を行い、欠損までの時間を測定した。

被削材;ねずみ鋳鉄 FC300 6本のV溝付丸棒 外径旋削加工

切削条件;切削速度 $V=700\text{m/min.}$ 、切り込み $d=0.5\text{mm}$ 、

送り $f=0.2\text{mm/rev.}$ 、乾式

得られた結果を表2に示す。

- [0044] サンプル1-6の比較により、cBN含有量が70体積%未満のサンプル1は切削初期に欠損が生じ、本発明範囲に基づいて作製されたサンプル2-5の欠損寿命の1/6-1/8となることが分かった。これは、本発明範囲外のサンプル1はcBN含有量が少なく、cBN粒子同士が骨格構造をとることができずに焼結体の靱性に劣るためである。また、cBN含有量が98体積%を越えるサンプル6も切削初期に欠損した。これは、結合材成分が少なく焼結体中に欠陥が多い。また結合材成分によるcBN粒子同士のネックグロスが充分に促進されなく靱性が不足したためと考えられる。
- [0045] サンプル4、7、11および14の比較をする。本発明範囲に基づいて作製されたサンプル4と比較して、Liが検出できなかったサンプル7は欠損までの時間が1/3と工具寿命が短いことが分かる。これは、添加結合材のみの触媒効果によるcBN粒子同士の反応では未反応部や反応欠陥部が残り、材料の靱性が不足したためと考えられる。また、本発明範囲よりLiあるいはMgが多いサンプル11、14も本発明範囲に基づいて製作されたサンプル4と比較して欠損までの時間が短いことが分かる。これは、cBN粒

子中の過剰なLi、MgがcBN骨格構造中の欠陥の原因となり、その欠陥を起点に切削時に欠損が生じるためと考えられる。

- [0046] Mgが0.01重量%より少ないサンプル4、7、8、9および10の比較により、cBN粒子中のLi含有量が0.01重量%以上0.03重量%以下含有するときに、欠損までの寿命が長く、耐欠損性がより優れることが分かる。また、Liが0.01重量%以上0.03重量%以下のサンプル4、13および14の比較により、cBN粒子中のMg含有量が0.01重量%以下の場合に、欠損までの寿命が長く、耐欠損性がより優れることが分かる。
- [0047] サンプル4および15～22の比較により、cBN粒子中にCa、Sr、Ba、Beを含有していないサンプル4と比較して、Ca、Sr、Ba、Beの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.3重量%以下含有しているサンプル15、16、18～21が欠損までの寿命が長く、耐欠損性により優れることが分かる。また、サンプル17、22より、過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐欠損性を向上させる効果は確認されなかった。
- [0048] サンプル4および23～28の比較により、cBN粒子中に、Si、GaおよびLaを含有していないサンプル4と比較して、Si、GaおよびLaの少なくとも一種の元素を合計で0.001重量%以上0.5重量%以下含有しているサンプル23、24および26～28が欠損までの時間が長く、耐欠損性により優れることが分かる。また、サンプル25より過剰なCa、Sr、Ba、Beには、より耐欠損性を向上させる効果は確認されなかった。

実施例 4

- [0049] 実施例1で製作した焼結体材料を用いて抗折力を評価した。まず、試料番号4、7、11および14の抗折力を測定した。試料は、長さ6mm、幅3mm、厚さ0.4～0.45mmの測定試験片に切り出した。測定は、4mmスパンであった。その結果、前記した試料の順番に224kgf/mm²、170kgf/mm²、182kgf/mm²、および175kgf/mm²であった。
- [0050] サンプル4、7、11および14の比較をする。本発明範囲に基づいて作製されたサンプル4と比較して、Liが検出できなかったサンプル7は抗折力が低かった。これは、添加結合材のみの触媒効果によるcBN粒子同士の反応では未反応部や反応欠陥部が残り、そこを起点として焼結体の破断が発生するためと考えられる。また、本発明範囲よりLiあるいはMgが多いサンプル11、14も抗折力が劣っていた。これは、cBN粒子中の過剰なLi、Mgが欠陥の原因となり、そこを起点として焼結体の破断が発生するた

めと考えられる。

実施例 5

- [0051] ここでは、耐摩耗性を評価した。平均粒径 $10\mu\text{m}$ のcBN粉末をMo容器に充填し、Alを溶浸させながら圧力6.0GPa、温度1400℃で30分間焼結した。得られたcBN焼結体を、実施例1と同様の手法にてcBN粒子の含有量を体積％で算出した。また、実施例1と同様の手法にてcBN焼結体の結合相を溶解させ、残ったcBN骨格構造が含有する元素を定量測定した。この焼結体から求めた元素の測定結果は、焼結前の原料のcBN粒子が含有する元素の含有量と実質的に同じであった。このようにして得られた焼結体のcBN含有量、cBN粉末中の触媒元素量を表3に示す。

[0052] [表3]

試料番号	cBN 含有量 (体積%)	焼結体フッ酸処理後の含有量		逃げ面摩耗量 (mm)
		Li (重量%)	Mg (重量%)	
29	88	0.020	0.007	0.185
30	88		0.070	0.336
31	88	0.066	0.080	0.295
32	88	0.021	0.050	0.302
33	88	0.021	0.030	0.200
34	88	0.05	0.07	0.190
35	88	0.05	0.03	0.220
36	88	0.06	0.03	0.270
37	88	0.05	0.04	0.270

- [0053] 得られたcBN焼結体を加工し、ISO規格SNGA120408の形状の切削チップを得た。次に、これらの切削チップを用い、以下の条件にて切削評価を行い、逃げ面摩耗量を評価した。

被削材;ダクタイル鋳鉄 FCD450丸棒 外径旋削加工

切削条件;切削速度 $V=300\text{m/min.}$ 、切り込み $d=0.3\text{mm}$ 、

送り $f=0.2\text{mm/rev.}$ 、湿式、

切削時間 15分

得られた結果を表3に示す。

- [0054] サンプル29〜37より、本発明範囲に基づいて作製されたサンプル29と比較して、Liが検出できなかったサンプル30は耐摩耗性に劣ることが分かる。これは、添加結合材のみの触媒効果によるcBN粒子同士の反応では未反応部や反応欠陥部が残り、切削時間にそこを起点として粒子の脱落が発生、摩耗量が大きくなったと考えられる。また、本発明範囲よりLiあるいはMgが多いサンプル31、32も耐摩耗性に劣ることが分かる。これは、cBN粒子中の過剰なLi、Mgが欠陥の原因となり、切削時に粒子脱落を発生させ、耐摩耗性低下となったと考えられる。

実施例 6

- [0055] 実施例1と同様に平均粒径 $2\mu\text{m}$ のcBN粉末と結合材粉末と $1\mu\text{m}$ 以下の添加結合材粉末とを準備した。結合材粉末は、実施例1の50重量%Co、40重量%Al及び10重量%WCからなる粉末である。添加結合材粉末は、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、Hf、Fe、Ni、Cu、Siの元素から選ばれた一種以上の粉末を合計で、焼結体中で表4に示す量を準備する。次に前記のcBN粉末と結合材粉末および添加結合材粉末を混合する。この混合粉末を、実施例1と同様に超硬合金製ボット及びボールを用いて混合した。この混合粉末を実施例1と同じ圧力6.0GPa、温度1400℃で30分間焼結した。
- [0056] cBN粉末の種類、およびcBN粉末と結合材粉末の比率を変化させて作製したcBN焼結体を、表4に示す。cBNの含有量と、触媒元素の量を以下の方法で測定した。まずcBN焼結体中の含有元素量を測定するために、焼結体を熔融塩法で溶解したのち、高周波誘導プラズマ発光分析法(ICP法)により各元素を定量測定した。その結果より、cBN焼結体中のcBN粒子の含有量を体積%で算出した。但し、含有量の算出は、cBN、WC以外の成分であるTi、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、Hf、Fe、Ni、Cu、Si等は金属のまま存在すると仮定して計算した。

- [0057] [表4]

試料番号	cBN 含有率 (体積%)	触媒元素含有量		添加結合材 (焼結体中の重量%)
		Li (重量%)	Mg (重量%)	
38	90	0.020	0.015	なし
39	90	0.020	0.015	V:0.0005
40	90	0.020	0.015	V:0.001
41	90	0.020	0.015	V:0.01
42	90	0.020	0.015	V:0.1
43	90	0.020	0.015	V:1.0
44	90	0.020	0.015	V:1.5
45	90	0.020	0.015	V:2.0
46	90	0.020	0.015	Ti:1.0
47	90	0.020	0.015	Zr:1.0
48	90	0.020	0.015	Nb:1.0
49	90	0.020	0.015	Mo:1.0
50	90	0.020	0.015	Ta:1.0
51	90	0.020	0.015	Hf:1.0
52	90	0.020	0.015	Cr:1.0
53	90	0.020	0.015	Cu:1.0
54	90	0.020	0.015	Cu:2.0
55	90	0.020	0.015	Fe:1.0
56	90	0.020	0.015	Ni:1.0
57	90	0.020	0.015	Si:1.0
58	90	0.020	0.015	V:0.4,Ti:0.3,Zr:0.3
59	90	0.020	0.015	V:0.8,Ti:0.6,Zr:0.6

[0058] 次に、超硬合金で裏打ちされているcBN焼結体の切削性能を評価した。cBN焼結体を加工し、ISO規格SNGA120408の形状の切削チップを得た。次に、これらの切削チップを用い、以下の条件にて切削試験を行い、逃げ面摩耗量を評価した。

被削材;ダクタイル鋳鉄 FCD450丸棒 外径旋削加工

切削条件;切削速度V=400m/min.、切り込みd=0.2mm、

送りf=0.2mm/rev.、湿式

切削時間; 10分

得られた結果を表5に示す。

[0059] [表5]

試料番号	逃げ面摩耗量 (mm)	欠損までの時間 (分)
38	0.147	10
39	0.150	9
40	0.120	15
41	0.115	18
42	0.110	20
43	0.105	25
44	0.110	21
45	0.165	5
46	0.105	24
47	0.106	27
48	0.105	24
49	0.105	23
50	0.105	22
51	0.106	22
52	0.115	15
53	0.105	30
54	0.170	4
55	0.115	15
56	0.120	12
57	0.118	14
58	0.105	25
59	0.170	4

[0060] サンプル38～52の比較により、添加結合材を焼結体中の重量%で、0.001～1.5重量%添加すると、耐摩耗性、耐欠損性ともに向上する。この原因は、CBN粒子同士のネックグロースを形成する働きのあるCoないしはAl系の金属結合材に、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、Hf、Fe、Ni、Cu、Siを微量添加することにより、ネックグロース形成を促進する作用があるものと思われる。しかしながらサンプル45,54,59に示したように添加結合材が重量%で焼結体中の1.5重量%を超過すると急激に切削性能が低下することから、ネックグロースの形成を逆に阻害するものと推定される。

産業上の利用可能性

[0061] 本発明のcBN焼結体は、cBN粒子が直接接合しているので、高い熱伝導率を持っている。したがって、本発明の立方晶窒化硼素焼結体は切削工具への応用だけでなく、高熱伝導性を必要特性とするヒートシンクなどの分野への応用が考えられる。

請求の範囲

- [1] 立方晶窒化硼素 (cBN) 粒子と前記cBN粒子を結合するための結合材とを含む立方晶型窒化硼素焼結体において、
70体積%以上98体積%以下のcBN粒子と、
残部結合材がCo化合物、Al化合物、WCおよびこれらの固溶体からなり、
焼結体中のcBN粒子がMgを0.03重量%以下、かつLiを0.001重量%以上0.05重量%以下含有することを特徴とする立方晶型窒化硼素焼結体。
- [2] 立方晶窒化硼素 (cBN) 粒子と前記cBN粒子を結合するための結合材とを含む立方晶型窒化硼素焼結体において、
70体積%以上98体積%以下のcBN粒子と、
残部結合材がAl化合物からなり、
焼結体中のcBN粒子がMgを0.03重量%以下、かつLiを0.001重量%以上0.05重量%以下含有することを特徴とする立方晶型窒化硼素焼結体。
- [3] 前記焼結体中のcBN粒子が、Ca、Sr、BaおよびBeの元素から選ばれた一種以上を合計で0.001重量%以上0.3重量%以下含有することを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載の立方晶型窒化硼素焼結体。
- [4] 前記焼結体中のcBN粒子が、Si、GaおよびLaの元素から選ばれた一種以上を合計で0.001重量%以上0.5重量%以下含有することを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載の立方晶型窒化硼素焼結体。
- [5] 前記焼結体中のcBN粒子が、Mgを0.01重量%以下含有し、かつLiを0.01重量%以上0.03重量%以下含有することを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載の立方晶型窒化硼素焼結体。
- [6] 前記焼結体が、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Ta、Hf、Fe、Ni、Cu、Siの元素から選ばれた一種以上を合計で焼結体中で0.001重量%以上1.5重量%以下含有することを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載の立方晶型窒化硼素焼結体。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/000146

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C22C29/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl.⁷ C22C29/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 59-057966 A (Director General of National Institute for Rd Technology Agency), 03 April, 1984 (03.04.84), Claims (Family: none)	1-6
A	JP 59-050075 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 22 March, 1984 (22.03.84), Claims (Family: none)	1-6
A	JP 62-108708 A (Denki Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha), 20 May, 1987 (20.05.87), Claims (Family: none)	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"1" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
01 April, 2005 (01.04.05)Date of mailing of the international search report
19 April, 2005 (19.04.05)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Fax/simile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/000146

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 63-069760 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 29 March, 1988 (29.03.88), Claims & CA 1090062 A & DE 2756512 A & DE 2760145 A & FR 2375155 A & GB 1593770 A & SU 1308193 A & US 4334928 A	1-6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C22C29/16

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C22C29/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2005年
 日本国登録実用新案公報 1994-2005年
 日本国実用新案登録公報 1996-2005年

国際調査で使った電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 59-057966 A (科学技術庁無機材質研究所) 1984. 04. 03, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-6
A	J P 59-050075 A (昭和電工株式会社) 1984. 03. 22, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-6
A	J P 62-108708 A (電気化学工業株式会社) 1987. 05. 20, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-6
A	J P 63-069760 A (住友電気工業株式会社) 1988. 03. 29, 特許請求の範囲 & CA 109062 A & DE 2756512 A & DE 2760145 A & FR 2375155 A & GB 1593770 A & SU 1308193 A & US 4334928 A	1-6

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

01. 04. 2005

国際調査報告の発送日

19. 4. 2005

国際調査機関の名称及びて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

4K

8924

電話番号

03-3581-1101 内線 3435